

Generate Collection 

L13: Entry 2 of 17

File: JPAB

Sep 28, 1999

PUB-N0: JP411264004A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11264004 A

TITLE: PRODUCTION OF SPHERICAL FINE METALLIC PARTICLE

PUBN-DATE: September 28, 1999

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
KIMURA, OSAMU	
EJIRI, TADAHIKO	
WATABE, AKIRA	
YONEYAMA, MINORU	

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
UBE IND LTD	
YAMAISHI KINZOKU KK	

APPL-NO: JP10065268

APPL-DATE: March 16, 1998

INT-CL (IPC): B22 F 9/08; B22 F 1/00; H01 L 21/60; H01 L 23/12

## ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method, with which a large quantity of spherical fine metallic particles having uniform particle size can be produced.

SOLUTION: In the method for producing the spherical metallic particles by passing molten metal 5 through liquid having the temp. gradient, the molten metal is supplied from a constant volume type molten metal spouting part. To the constant volume type molten metal spouting part, a round disk 11 having plural opening parts 14 having the uniform volume is fixed and two round disks 12, 13 having one or more opening parts are arranged at the upper side and the lower side of the disk 11 so as to be simultaneously rotatable without overlapping the opening parts thereof.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

特開平11-264004

(43)公開日 平成11年(1999)9月28日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
 B 22 F 9/08  
 // B 22 F 1/00  
 H 01 L 21/60  
 23/12

識別記号

3 1 1

F I  
 B 22 F 9/08  
 1/00  
 H 01 L 21/60  
 23/12

C  
A  
S  
L

審査請求 未請求 請求項の数 5 O.L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平10-65268  
 (22)出願日 平成10年(1998)3月16日

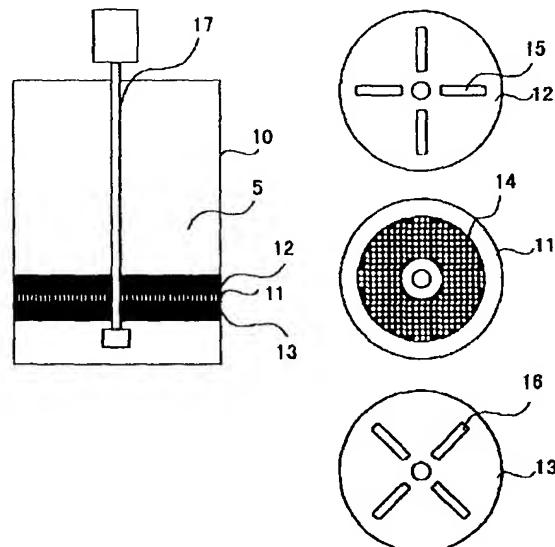
(71)出願人 000000206  
 宇部興産株式会社  
 山口県宇部市西本町1丁目12番32号  
 (71)出願人 392021920  
 山石金属株式会社  
 東京都中央区新川2丁目3番12号  
 (72)発明者 木村 修  
 山口県宇部市西本町1丁目12番32号 宇部  
 興産株式会社内  
 (72)発明者 江尻 忠彦  
 山口県宇部市西本町1丁目12番32号 宇部  
 興産株式会社内  
 (74)代理人 弁理士 伊丹 勝

最終頁に続く

## (54)【発明の名称】 球形微小金属粒子の製造方法

## (57)【要約】

【課題】 粒度が揃った球形微小金属粒子を大量に製造することができる方法を提供する。  
 【解決手段】 溶融金属を、温度勾配を有する液体中を通して球形金属粒子を製造する方法において、定容横式溶融金属吐出部から溶融金属を供給することを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】溶融金属を、温度勾配を有する熱媒中を通過させて球形金属粒子を製造する方法において、定容積式溶融金属吐出部から溶融金属を供給することを特徴とする球形微小金属粒子の製造方法。

【請求項2】定容積式溶融金属吐出部が、複数の一定容積の開孔部を有する円盤が固定されており、その上下に1つ以上の開口部を有する2対の円盤が該開口部が重ならない状態で同時に回転可能に設けられてなることを特徴とする請求項1記載の球形微小金属粒子の製造方法。

【請求項3】定容積式溶融金属吐出部が、表面に複数の一定容積の凹部を有するボルバルブが上下方向に回転\*

$$(0 < Re < 2 \text{ の場合}) \quad u = g (\rho_s - \rho) D^2 / 18 \mu$$

$$(2 < Re < 500 \text{ の場合}) \quad u = \{ 4 g^2 (\rho_s - \rho)^2 D^3 / 225 \mu \rho \}^{1/3}$$

D : 金属粒子の直径 (cm)

$\rho_s$  : 金属の密度 ( $g/cm^3$ )

$\rho$  : 热媒の密度 ( $g/cm^3$ )

$\mu$  : 热媒の粘度 ( $g/s \cdot cm$ )

g : 重力の加速度 ( $cm/s^2$ )

【請求項5】温度勾配を有する热媒が、金属の融点以上である高温部分と金属の融点未満である低温部分からなり、低温部分の温度勾配を  $20^\circ C / 50\text{ cm}$  以下とすることを特徴とする請求項4記載の球形微小金属粒子の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は溶融金属から球形微小金属粒子を製造する方法に関する。特に、粒度が揃った球形微小金属粒子を大量に製造することができる方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術及びその問題点】近年、電子機器の小型軽量化を目的にBGA (ボルグリッドアレイ) パッケージを用いた半導体装置の高密度実装が開発されている。これは、BGA基板の下面に、外部接続端子となる半田ボールを基盤目状に配列したものである。上記BGA用の半田ボールとしては、粒度分布がシャープで真球状の微小な金属粒子であることが要求されている。

【0003】従来、微少な金属粒子を製造する方法として、例えば、特開昭61-159501号公報には超音波振動を利用する方法が開示されている。これは、溶融金属の液滴をノズルから超音波ホーン上に滴下させて、加湿器等における水を霧化する場合と同様に、超音波振動によって金属微粉末を製造するものである。

【0004】しかしながら、超音波振動によって金属を微粉化するため、金属粒子の粒径を、例えば±5%の範囲の精度にコントロールすることが難しく、また、内径の小さいノズルから効率良く溶融金属を滴下させることができないため、金属微粉末製造の歩留り及び生産性が低いという問題がある。また、溶融金属が急激に冷却さ

\*自在に設けられてなることを特徴とする請求項1記載の球形微小金属粒子の製造方法。

【請求項4】溶融金属を、温度勾配を有する熱媒中を通過させて球形金属粒子を製造する方法において、下記式(1)で表されるReが  $0 < Re < 50.0$  となる条件で金属粒子を製造することを特徴とする請求項1記載の球形微小金属粒子の製造方法。

$$Re = \rho u D / \mu \quad (1)$$

ここで、

10 u : 金属粒子の終末速度 ( $cm/s$ ) で下記式で定義される。

$$(0 < Re < 2 \text{ の場合}) \quad u = g (\rho_s - \rho) D^2 / 18 \mu$$

$$(2 < Re < 500 \text{ の場合}) \quad u = \{ 4 g^2 (\rho_s - \rho)^2 D^3 / 225 \mu \rho \}^{1/3}$$

※れるため、粒子形状が梢円化したり、表面に割れ目や窪みが発生してしまうという問題がある。

【0005】一方、特開昭61-279603号公報には、液体中で溶融金属を表面張力をを利用して球状化する方法が開示されている。これは、加熱ゾーンと冷却ゾーンとを順次に有する液体の加熱ゾーンで、供給管を振動機により振動させて溶融金属を放出し、その表面張力で球状化した金属粒子を冷却ゾーンで凝固させて金属粉末を製造するものである。

【0006】しかし、この方法でも、供給管の振動数で粒子サイズを規制するため、金属粒子の粒径を高精度にコントロールすることが難しく、金属微粉末製造の歩留り及び生産性が低いという問題がある。

【0007】この発明は上記で示した従来の問題点に鑑みて成されたものであって、粒度分布がシャープで真球状の微小金属粒子を、歩留り及び生産性良く大量に製造することができる方法を提供することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、溶融金属を、温度勾配を有する熱媒中を通過させて球形金属粒子を製造する方法において、定容積式溶融金属吐出部から溶融金属を供給することを特徴とする方法に関するものである。

【0009】本発明においては、例えば円筒状の容器中に熱媒を満たし、該容器上方の一部分を加熱して、該容器内の熱媒の温度を金属の融点より高く保ち、その下方の他の部分の熱媒を金属の凝固点以下に保った状態で、容器上部に設けた定容積式溶融金属吐出部から溶融金属を吐出する。そして、金属粒子が金属の融点より高い熱媒中を重力によって落下していく間に、その表面張力によって球状化し、温度の低い部分の熱媒により凝固することにより、球形微小金属粒子を製造することができる。

【0010】本発明で用いられる金属としては、特に制限はなく、金属単体や合金が使用でき、その融点で熱媒が使用可能なものであればよい。

【0011】熱媒としては、液体または気体が用いられる。液体としては、金属と反応しないものであって、金属の融点で沸騰、発泡、分解等が起こらないものであることが必要である。例えば、ポリエチレンゴム、シリコンオイル、動植物油脂、鉱物油脂、溶融塩類等を使用することができる。気体としては、金属と反応しないものであればよく、例えば、窒素、ヘリウム等の不活性ガスが挙げられる。

【0012】本発明においては、定容積式溶融金属吐出部を用いて溶融金属を供給することにより、粒度が揃った球形微小金属粒子を生産性良く大量に製造することができる。本発明における定容積式溶融金属吐出部としては、複数の一定容積の開孔部を有する円盤が固定されており、その上下に1つ以上の開口部を有する2対の円盤が該開口部が重ならない状態で同時回転可能に設けられているものが使用される。図2にその一例を示す。図2の定容積式溶融金属吐出部において、11は、複数の一定容積の開孔部14を有する円盤であり、枠体10に固定されている。12及び13は4つの開口部15及び16を有する2対の円盤であり、11の上下に開口部15と開口部16を45度ずらした状態で回転軸17に同時に回転するように取り付けられている。溶融金属5は、円盤12が回転するとその開口部15を通過て円盤11の開孔部14に充填される。そして、開孔部14に充填さ\*

$$(0 < Re < 2 \text{ の場合}) \quad u = g (\rho_a - \rho) D^2 / 18 \mu$$

$$(2 < Re < 500 \text{ の場合}) \quad u = \{ 4 g^2 (\rho_a - \rho)^2 D^3 / 225 \mu \rho \}^{1/3}$$

D : 金属粒子の直径 (cm)

$\rho_a$  : 金属の密度 ( $g/cm^3$ )

$\rho$  : 熱媒の密度 ( $g/cm^3$ )

$\mu$  : 熱媒の粘度 ( $g/s \cdot cm$ )

g : 重力の加速度 ( $cm/s^2$ )

なお、これらはいずれも金属粒子の融点における値を使用するものとする。また、Reが2付近では、uは $2 < Re < 500$ の場合の値を採用するものとする。Reが $0 < Re < 500$ となる条件で溶融金属を供給することにより、真球状の微小金属粒子を歩留り良く製造することができる。Reが500以上になると、粒子の変形が起り易くなるので好ましくない。

【0015】また、温度勾配を有する熱媒を、金属の融点以上である高温部分と金属の融点未満である低温部分とに設定する場合、低温部分の温度勾配を $20^\circ C / 50 cm$ 以下とすることが望ましい。特に、粒子径が $400 \sim 800 \mu m$ の金属粒子を製造する場合に、低温部分の温度勾配を $10 \sim 20^\circ C / 50 cm$ の範囲とすることが好ましい。低温部分の温度勾配が $20^\circ C / 50 cm$ よりも大きくなると、粒子形状が梢円化したり、表面に割れ目や窪みが発生し易くなるので、歩留りが悪くなる。

【0016】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。実施例で使用した金属粒子の製造装置の概略図を図1に示す。図※50

\*れた一定容積の溶融金属が円盤13が回転してその開口部16が下に来た時に、開口部16を通って吐出される。

【0013】また、定容積式溶融金属吐出部として、表面に複数の一定容積の凹部を有するボールバルブが上下方向に回転自在に設けられているものを使用することもできる。図3にその一例を示す。図3の定容積式溶融金属吐出部において、21は、複数の一定容積の凹部22を有するボールバルブであり、軸23に固定されている。ボールバルブ21は、外周の枠体24に対して、上下の溶融金属入口部25と溶融金属出口部26を除いて全周を密接させて上下方向に回転自在に設けられている。溶融金属5は、溶融金属入口部25からボールバルブ21の凹部22に充填される。そして、ボールバルブ21が回転してその凹部22が下に来た時に、溶融金属出口部26へ吐出される。

【0014】本発明においては、金属粒子が温度勾配を有する熱媒中を通過する際の下記式(1)で表されるReが $0 < Re < 500$ 、好ましくは、 $0 < Re < 300$ となる条件で金属粒子を製造することが望ましい。

$$Re = \rho u D / \mu \quad (1)$$

ここで、

u : 金属粒子の終末速度 ( $cm/s$ ) で下記式で定義される。

$$(0 < Re < 2 \text{ の場合}) \quad u = g (\rho_a - \rho) D^2 / 18 \mu$$

$$(2 < Re < 500 \text{ の場合}) \quad u = \{ 4 g^2 (\rho_a - \rho)^2 D^3 / 225 \mu \rho \}^{1/3}$$

※1において、直径150mm、長さ2000mmの円筒状容器1の上部に、定容積式溶融金属吐出部2が固定されている。円筒状容器1には、熱媒である液体3が満たされており、4個のバンドヒーター4a、4b、4c、4dにより所定の温度に保持されている。

#### 実施例1

定容積式溶融金属吐出部2は、図2に示す装置を使用した。円盤11は、厚みが0.2mmで、開孔部21が1.05mmの円筒形のものを使った。また、熱媒として菜種油を用い、4個のバンドヒーター4a、4b、4c、4dの中心部の液温 $T_{4a}$ 、 $T_{4b}$ 、 $T_{4c}$ 、 $T_{4d}$ をそれぞれ、 $240^\circ C$ 、 $190^\circ C$ 、 $183^\circ C$ 、 $170^\circ C$ とした。このときの低温部分の温度勾配は $15^\circ C / 50 cm$ である。溶融金属5として、BGA用の半田(Sn63wt%、Pb37wt%、融点 $183^\circ C$ )を用い、円盤12及び13を43rpmで回転させながら、溶融金属を吐出させ、球形の金属微粒子を製造した。得られた金属粒子は、球形で割れ目、窪みが全くなく、表面は平滑で金属光沢を呈していた。また目標の粒径 $760 \mu m \pm 20 \mu m$ の範囲に80%が入っていた。また、この条件での、Reは $179$  ( $u : 35.4 cm/s$ ,  $D : 760 \mu m$ ,  $\rho_a : 8.42 g/cm^3$ ,  $\rho : 0.806 g/cm^3$ ,  $\mu : 0.0121 g/s \cdot cm$ ,  $g : 980 cm/s^2$ )であった。

【0017】実施例2

定容積式溶融金属吐出部2は、図3に示す装置を使用した。ボールバルブ21は直径1.20mmの半球状の凹部22を有するものを使った。また、熱媒は実施例1と同じ条件とした。実施例1と同じ溶融金属5を用い、ボールバルブ21を22 rpmで回転させながら、溶融金属を吐出させ、球形の金属微粒子を製造した。得られた金属粒子は、球形で割れ目、溝みが全くなく、表面は平滑で金属光沢を呈していた。また目標の粒径760μm±20μmの範囲に63%が入っていた。

#### 【0018】比較例1

定容積式溶融金属吐出部2に代えて、溶融金属滴下ノズルに加振器を取り付けた溶融金属吐出部を使用した。また、熱媒は実施例1と同じ条件とした。溶融金属滴下ノズルの内径を1mm、加振器の振動数を1800Hzとして溶融金属を吐出させ、金属微粒子を製造した。得られた金属粒子は、目標の粒径760μm±20μmの範囲に6%しか入っていなかった。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、実施例で使用した金属粒子の製造装置の概略図である。

【図2】図2は、実施例1で使用した定容積式溶融金属

吐出部2の概略図である。

【図3】図3は、実施例2で使用した定容積式溶融金属吐出部2の概略図である。

#### 【符号の説明】

- 1…金属微粒子製造装置
- 2…定容積式溶融金属吐出部
- 3…熱媒
- 4a、4b、4c、4d…バンドヒーター
- 5…溶融金属

10 10…枠体

11、12、13…円盤

14…開孔部

15、16…開口部

17…回転軸

21…ボールバルブ

22…凹部

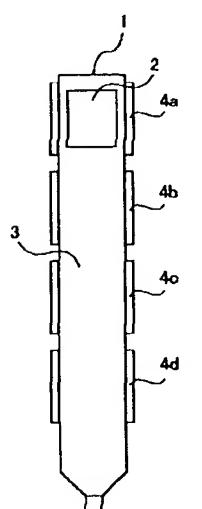
23…軸

24…枠体

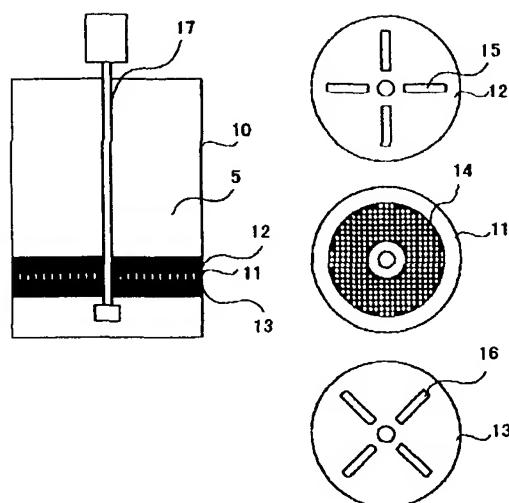
25…溶融金属入口部

20 26…溶融金属出口部

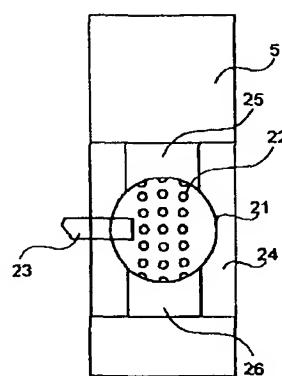
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 渡部 章

千葉県東葛飾郡関宿町木間ヶ瀬791 山石  
金属株式会社関宿工場内

(72)発明者 米山 稔

千葉県東葛飾郡関宿町木間ヶ瀬791 山石  
金属株式会社関宿工場内